Excellence scientifique • Protection et conservation des ressources • Bénéfices aux Canadiens
Scientific Excellence • Resource Protection & Conservation • Benefits for Canadians

Méthodes d'analyse et résultats sur les concentrations en hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments du fleuve Saint-Laurent

G.H. Tremblay, J.N. Gearing et M. Noël

Direction des Sciences physiques et chimiques
Ministère des Pêches et des Océans
Institut Maurice-Lamontagne
C.P. 1000
Mont-Joli (Québec)
G5H 3Z4

1992

Rapport statistique canadien sur l'hydrographie et les sciences océaniques 103

Pêches et Océans Fisheries and Océans

Canada

92-04623/

Rapport statistique canadien sur l'hydrographie et les sciences océaniques

Les rapports statistiques servent de véhicule pour la compilation et la diffusion des données sous une forme directement utilisable par les scientifiques et les techniciens. En général, les rapports contiennent des données brutes ou analysées, mais ne fournissent pas d'interprétation des données. Ces compilations sont préparées le plus souvent à l'appui de travaux liés aux programmes et intérêts du service des Sciences et levés océaniques (SLO) du ministère des Pêches et des Océans.

Les rapports statistiques ne sont pas destinés à une vaste distribution et leur contenu ne doit pas être mentionné dans une publication sans une autorisation écrite préalable de l'établissement auteur. Le titre exact paraît au-dessus du résumé de chaque rapport. Les rapports statistiques sont résumés dans la revue *Résumés des sciences halieutiques et aquatiques*, et ils sont classés dans l'index annuel des publications scientifiques et techniques du Ministère.

Les rapports statistiques sont produits à l'échelon régional, mais numérotés à l'échelon national. Les demandes de rapports seront satisfaites par l'établissement auteur dont le nom figure sur la couverture et la page du titre. Les rapports épuisés sont fournis contre rétribution par des agents commerciaux.

Les établissements des Sciences et levés océaniques dans les régions et à l'administration centrale ont cessé de publier leurs diverses séries de rapports en décembre 1981. Une liste complète de ces publications figure dans le volume 39, Index des publications 1982, du *Journal canadien des sciences halieutiques et aquatiques*. La série actuelle a commencé avec la publication du rapport numéro 1 en janvier 1982.

Canadian Data Report Of Hydrography and Ocean Sciences

Data reports provide a medium for the documentation and dissemination of data in a form directly useable by the scientific and engineering communities. Generally, the reports contain raw and/or analyzed data but will not contain interpretations of the data. Such compilations commonly will have been prepared in support of work related to the programs and interests of the Ocean Science and Surveys (OSS) sector of the Department of Fisheries and Oceans.

Data reports are not intended for general distribution and the contents must not be referred to in other publications without prior written authorization from the issuing establishment. The correct citation appears above the abstract of each report. Data reports are abstracted in *Aquatic Sciences and Fisheries Abstracts* and indexed in the Department's annual index to scientific and technical publications.

Data reports are produced regionally but are numbered nationally. Requests for individual reports will be filled by the issuing establishment listed on the front cover and title page. Out of stock reports will be supplied for a fee by commercial agents.

Regional and headquarters establishments of Ocean Science and Surveys ceased publication of their various report series as of December 1981. A complete listing of these publications is published in the *Canadian Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, Volume 39: Index to Publications 1982. The current series, which begins with report number 1, was initiated in January 1982.

Rapport statistique canadien sur l'hydrographie

et les sciences océaniques 103

1992

MÉTHODES D'ANALYSE ET RÉSULTATS SUR LES CONCENTRATIONS EN HYDROCARBURES ALIPHATIQUES DANS LES SÉDIMENTS DU FLEUVE SAINT-LAURENT

par

G.H. Tremblay, J. N. Gearing et M. Noël

Direction des sciences physiques et chimiques
Ministère des Pêches et des Océans
Institut Maurice-Lamontagne
C.P. 1000, 850, route de la Mer
Mont-Joli (Québec)
G5H 3Z4

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1992
No de cat. Fs 97—16/0103F ISSN 0711—673X

On devra citer la publication comme suit :

Tremblay, G.H., J. N. Gearing et M. Noël. 1992. Méthodes d'analyse et résultats sur les concentrations en hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments du fleuve Saint-Laurent. Rapp. stat. can. hydrogr. sci. océan. 103 : vi + 54 p.

TABLE DES MATIÈRES

Page

RÉSUMÉ / ABSTRACT v

1.0 INTRODUCTION 1

2.0 MÉTHODES 2

2.1 PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS 2

2.2 LAVAGE ET PRÉPARATION DU MATÉRIEL 6

2.2.1 Pour la vaisselle en général 6
2.2.2 Billes de verre, disques d'étanchéité (de bouchons) en *Téflon*, ampoules à sceller, réfrigérants, fioles jaugées, extracteurs Soxhlet 6
2.2.3 Nacelles de pesée en aluminium 7
2.2.4 Pipettes Pasteur 7
2.2.5 Micro-seringues 7
2.2.6 Balais de cuivre 8
2.2.7 Aiguilles pour l'évaporation sous azote 9
2.2.8 Méthanol 9
2.2.9 Eau distillée 9
2.2.10 Pierres à ébullition 10
2.2.11 Papiers-filtres, 70 mm, sans cendres; cartouches pour les extractions . 10
2.2.12 Silice, alumine et sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) 11
2.2.13 Laine de verre 11
2.2.14 Préparation du standard interne. 11
2.2.15 Préparation d'une solution d'hydroxyde de potassium 12 N 12
2.2.16 Gamme étalon 13

2.3 TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS ET ANALYSE CHIMIQUE 14

2.3.1 Tamisage, pourcentage d'eau. 14
2.3.2 Broyage de l'ALIQUOTE 1 16

TABLE DES MATIÈRES (suite)

2.3.3 Carbonates 17
2.3.4 Saponification/extraction 17
2.3.4.1 Reflux 17
2.3.4.2 Filtration sous vide 18
2.3.4.3 Extraction 19
2.3.5 Désoufrage 20
2.3.6 Évaporation 21
2.3.7 Colonne 22
2.3.7.1 Conditionnement de la silice et de l'alumine déjà extraites . . . 22
2.3.7.2 Conditionnement du sulfate de sodium déjà extrait 23
2.3.7.3 Préparation de la colonne 23
2.3.7.4 Séparation sur colonne 25
2.3.7.5 Évaporation de la fraction récupérée lors de la séparation sur colonne 26

2.4 IDENTIFICATION ET QUANTIFICATION 27

2.4.1 Blancs 27
2.4.2 Analyse par chromatographie en phase gazeuse 28
2.4.3 Remarques sur l'analyse par chromatographie en phase gazeuse 29

3.0 RÉSULTATS 30

4.0 REMERCIEMENTS 54

5.0 BIBLIOGRAPHIE 54

RÉSUMÉ

Tremblay, G.H., J. N. Gearing et M. Noël. 1992. Méthodes d'analyse et résultats sur les concentrations en hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments du fleuve Saint-Laurent. Rapp. stat. can. hydrogr. sci. océan. 103 : vi + 54 p.

Une mission d'échantillonnage sur le fleuve Saint-Laurent a été conduite, en septembre 1988, à bord du ***MV PETREL V***. Les méthodes d'analyse utilisées, de même que les résultats analytiques décrivant la distribution des hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments, sont présentés dans ce rapport. Cette étude a été réalisée dans le cadre du Plan d'Action Saint-Laurent.

Mots-clés : fleuve Saint-Laurent, hydrocarbures aliphatiques, méthodes analytiques

ABSTRACT

Tremblay, G.H., J. N. Gearing et M. Noël. 1992. Méthodes d'analyse et résultats sur les concentrations en hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments du fleuve Saint-Laurent. Rapp. stat. can. hydrogr. sci. océan. 103 : vi + 54 p.

A sampling cruise on the St. Lawrence River was carried out with the ***MV PETREL V*** in September 1988. The analytical methods used, and the data describing the distribution of the aliphatic hydrocarbons in the sediments are presented in the following report. This study was supported in part by the St. Lawrence Action Plan.

Key-words : St. Lawrence River, aliphatic hydrocarbons, analytical methods

PRÉFACE

Les résultats analytiques présentés dans ce rapport réfèrent au projet intitulé ***Analyse des contaminants dans les sédiments***. Ce projet s'inscrit dans le cadre du Plan d'Action Saint-Laurent auquel participe la Division d'océanographie chimique et contaminants de l'Institut Maurice-Lamontagne.

1.0 INTRODUCTION

Les sédiments sont reconnus comme porteurs et, sous certaines conditions, peuvent devenir des sources de contaminants dans les systèmes aquatiques.

Pour les organismes benthiques en particulier, qui sont en contact direct avec le sédiment, un niveau élevé de contaminants dans le sédiment peut avoir un grand impact sur leur survie. La bioaccumulation et le transfert à travers la chaîne alimentaire peuvent être grandement affectés par les polluants associés aux sédiments.

Dans une étude sur le développement et la situation actuelle de la pollution environnementale, Müller (1981) a démontré que la substitution croissante, durant les dernières 30 années, du charbon et du lignite par les produits du pétrole s'est traduite par une réduction de l'accumulation de certains métaux lourds et des HAP dans les sédiments. D'un autre côté, les concentrations en hydrocarbures dérivés du pétrole, dans les sédiments, ont montré une forte augmentation.

Le fleuve Saint-Laurent, avec ses tributaires et les Grands Lacs, constituent un des réseaux fluviaux les plus importants de l'Amérique du Nord, du point de vue économique.

En dépit de l'importance de ce fleuve et de l'augmentation de l'utilisation des hydrocarbures au cours des dernières années, les données sur la composition en hydrocarbures aliphatiques accumulés dans ses sédiments sont rares.

Dans le cadre du Plan d'Action Saint-Laurent, nous avons entrepris une étude visant à connaître la distribution des concentrations en hydrocarbures aliphatiques des sédiments de fond du fleuve Saint-Laurent, à partir des Grands Lacs jusqu'à Québec, en fonction de l'importance des sources locales telles les industries et les villes.

Ce rapport décrit les méthodes de traitement et d'analyse utilisées, ainsi que les résultats obtenus.

2.0 MÉTHODES

Ce chapitre décrit en détail les voies spécifiques utilisées pour l'analyse de niveaux traces d'hydrocarbures. Les méthodes utilisées s'inspirent de celles de Farrington et Tripp (1975).[1]

2.1 PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS

Les hydrocarbures nouvellement sédimentés se concentrant dans la couche floculente de surface du sédiment (Gearing *et al.*, 1980), il est important d'utiliser des échantillonneurs qui minimisent les pertes des sédiments les plus fins (Elmgren *et al.*, 1983). Les échantillonneurs utilisés pour cette étude, carottier à boîte *Ocean Instruments* et benne *Shipek*, répondent particulièrement bien à ce critère.

---

1 Dans le texte qui suit, hexane se dit pour de l'hexane "Fisher HPLC grade"*; méthanol se dit pour du méthanol "Burdick & Jackson High purity solvent"* distillé selon la méthode décrite en 2.2.8; chlorure de méthylène se dit pour du chlorure de méthylène "Burdick & Jackson High purity solvent"*; papiers-filtres se dit pour des "Papiers-filtres ronds sans cendres Whatman 42"*; savon se dit pour du détergent "FISHERbrand Sparkleen"*; acide sulfochromique se dit pour une solution préparée à partir de "Chromerge"* (réactif de la compagnie "Manostat") et d'acide sulfurique ("Baker Instra-Analyzed, Reagent, For Trace Metal Analysis"*); KOH se dit pour de l'hydroxyde de potassium "Baker Analyzed, Reagent"*; HCl se dit pour de l'acide chlorhydrique "Baker Instra-Analyzed, For Trace Metal Analysis"*; silice se dit pour du "Silica gel 60 extra pure (70—230 mesh ASTM)" de la compagnie BDH*; alumine se dit pour de l' "Aluminium oxide 90, active neutral, activity I (70—230 mesh ASTM)" de la compagnie BDH*; Na_2SO_4 se dit pour du sulfate de sodium anhydre "Baker Analyzed, Reagent"*; n-hexadécane-d_{34}, n-tétracosane-d_{50} et n-hexatriacontane-d_{74} se disent pour n-hexadécane-d_{34}, n-tétracosane-d_{50} et n-hexatriacontane-d_{74} de la compagnie MSD Isotopes*; évaporateur se dit pour un "TurboVap Evaporation Workstation, TurboVap 200" de la compagnie "Zymark"*; tube à évaporation se dit pour un tube à évaporation de la compagnie "Zymark"*; colonne pour chromatographie gazeuse se dit pour une "Fused Silica Column, DB-5, Narrow bore, 60 m, 0,25 μm film thickness" de la compagnie J&W Scientific*; feuilles en papier d'aluminium traitées se dit de feuilles en papier d'aluminium préalablement rincées à l'hexane et asséchées.

* : ou l'équivalent.

Le carottier à boîte est un des outils les plus utiles pour obtenir des carottes de sédiment non perturbées (Shepard, 1973). Quant à la benne *Shipek*, elle échantillonne tous les types de sédiments, du fin limon au sable, qui, lorsqu'ils sont fins, sont peu lessivés (Walton, 1980).

Entre le 6 septembre 1988 et le 15 septembre 1988, nous avons procédé au prélèvement de sédiments du fleuve Saint-Laurent, à bord du ***MV PETREL V***. Le Tableau 1 donne la position des stations d'échantillonnage, de même que le type d'échantillonneur utilisé à chacune des stations. La Figure 1 illustre la position de chacune des stations.

Les carottes ont été sectionnées en couches de 0.5 cm d'épaisseur, de la surface jusqu'à 1 cm; en couches de 1 cm d'épaisseur, de 1 cm jusqu'à 5 cm; en couches de 2 cm d'épaisseur, de 5 cm jusqu'au fond de la boîte. Pour chaque couche, deux sous-échantillons étaient conservés : un pour l'analyse physique (1 cm de chaque côté de la boîte), l'autre pour l'analyse des hydrocarbures aliphatiques.

Les sédiments de surface (0 — 4 cm) recueillis à l'aide de la benne ont également été séparés en 2 parties (pour l'analyse physique et pour l'analyse des hydrocarbures aliphatiques) suivant la méthode d'échantillonnage recommandée par Walton (1980).

Après leur prélèvement, les sous-échantillons ont été placés dans des bouteilles de verre préalablement nettoyées, puis mis au congélateur, à -18 °C. Ils y ont été conservés jusqu'à ce qu'ils soient traités et analysés.

Tableau 1. Position des stations d'échantillonnage et profondeur de l'eau à chacune des stations. Le type d' échantillonneur utilisé pour le prélèvement est également indiqué.

Station	Latitude (N)	Longitude (O)	Prof. (m)	Prélèvement
805	46°38.22	71°43.00	15	Benne
810	46°18.82	72°33.13	18	Benne
815	46°15.46	72°40.20	10	Carotte
820	45°37.34	73°31.32	6	Benne
830	45°32.16	73°31.65	11	Benne
835	45°20.08	73°52.97	11	Carotte
840	45°20.24	73°54.48	16	Benne
845	45°13.42	74°13.73	15	Carotte
855	44°57.40	75°00.88	23	Carotte
860	44°36.14	75°38.93	18	Benne
865	44°22.78	75°54.07	24	Carotte
870	44°18.84	76°07.12	16	Benne
875	44°07.12	76°35.78	27	Carotte
880	46°02.97	73°06.88	9	Benne

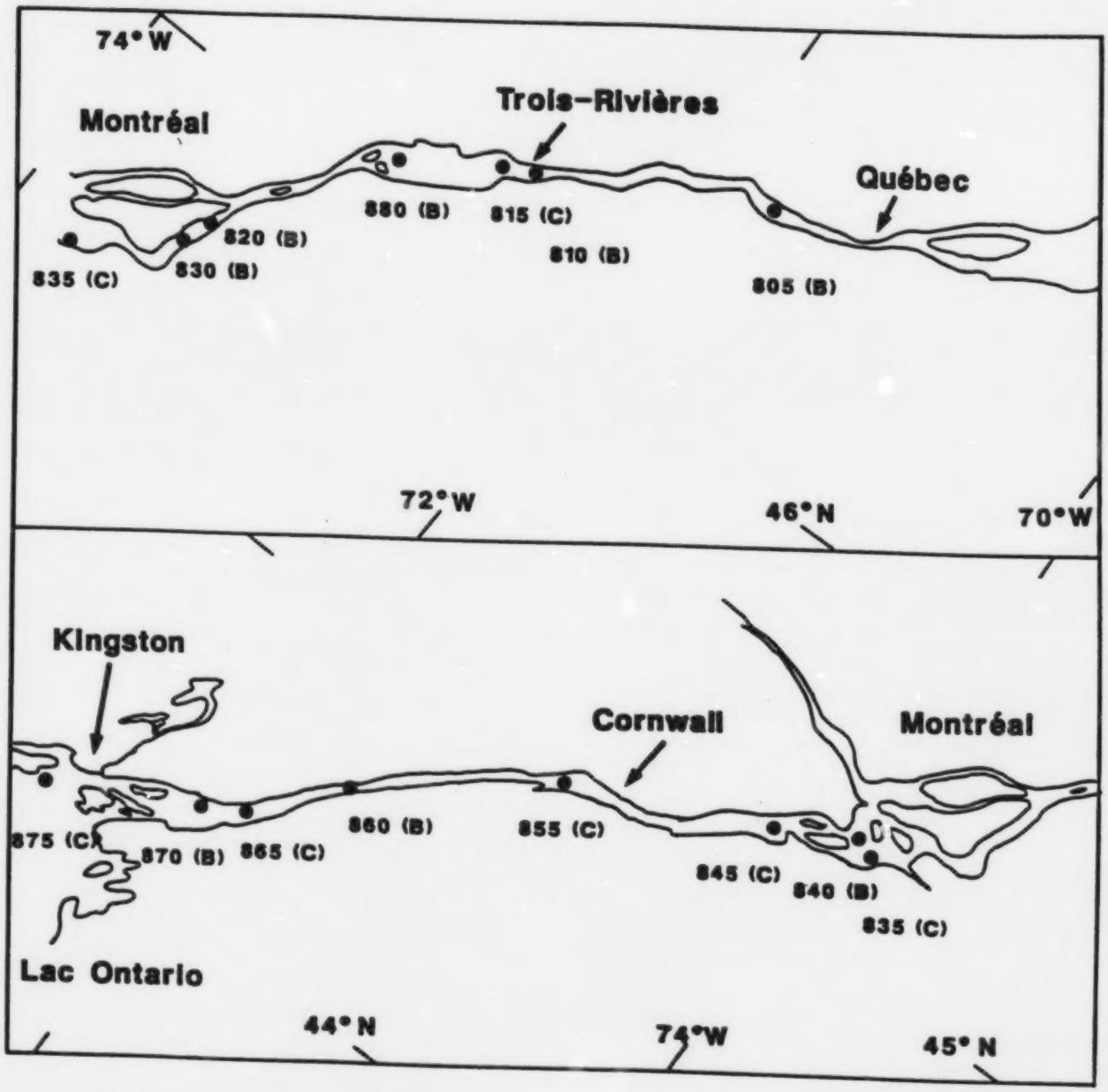


Figure 1. Localisation des stations d'échantillonnage.

2.2 LAVAGE ET PRÉPARATION DU MATÉRIEL

2.2.1 Pour la vaisselle en général

Laver le matériel en procédant de la façon suivante :

— faire tremper durant 3 heures dans l'eau chaude avec du savon;

— brosser pièce par pièce dans un autre bain d'eau chaude savonneuse sans jamais toucher l'intérieur, le col ou toute partie de la vaisselle pouvant être en contact avec l'échantillon;

— rincer abondamment à l'eau chaude du robinet, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de traces de savon;

— rincer 2 fois au méthanol;

— laisser égoutter et sécher complètement à l'abri des poussières;

— ranger en recouvrant individuellement chaque pièce de feuilles d'aluminium;

— avant utilisation, chaque pièce de vaisselle est rincée 2 fois à l'hexane.

2.2.2 Billes de verre, disques d'étanchéité (de bouchons) en *Téflon*, ampoules à sceller, réfrigérants, fioles jaugées, extracteurs Soxhlet

Nettoyer le matériel de la façon suivante :

— laisser tremper dans une eau chaude et savonneuse durant 3 heures;

— brosser et laver dans un autre bain d'eau chaude et de savon;

— rincer 3 fois à l'eau chaude;

— rincer 2 fois au méthanol et laisser sécher à l'abri des poussières;

— faire tremper 2 jours dans l'acide sulfochromique;

— rincer plusieurs fois à l'eau chaude du robinet;

— rincer 2 fois au méthanol;

— laisser sécher dans des feuilles d'aluminium traitées et couvrir de papier d'aluminium traité jusqu'à utilisation. Le séchage peut se faire à l'étuve, à 70°C;

— rincer 2 fois à l'hexane avant d'utiliser.

2.2.3 Nacelles de pesée en aluminium

Effectuer le traitement des nacelles de pesée en aluminium selon la procédure qui suit :

— manipuler avec des pinces en acier inoxydable préalablement rincées à l'hexane;

— faire tremper les nacelles dans un laveur à ultra-sons successivement dans des bains de méthanol, de chlorure de méthylène et d'hexane, puis faire sécher;

— mettre au four à 500°C durant au moins 8 heures, dans des feuilles d'aluminium traitées;

— rincer 2 fois à l'hexane avant d'utiliser;

— conserver dans un contenant en verre fermé, préalablement lavé.

2.2.4 Pipettes Pasteur

Utiliser cette procédure pour le traitement des pipettes Pasteur :

— mettre au four à 500°C durant au moins 8 heures dans des feuilles d'aluminium;

— conserver dans des feuilles d'aluminium traitées.

2.2.5 Micro-seringues

Lorsque les micro-seringues sont neuves :

— rincer plusieurs(>20) fois au chlorure de méthylène;

— rincer plusieurs (>20) fois dans un premier récipient contenant de l'hexane (Hexane A);

— rincer plusieurs (>20) fois, dans un second récipient contenant de l'hexane (Hexane B).

Lorsqu'elles sont utilisées fréquemment, entre chaque échantillon :

— rincer 10 fois dans un premier récipient contenant de l'hexane (Hexane A);

— rincer 10 fois dans un second récipient contenant de l'hexane (Hexane B).

Les nettoyer, à l'occasion, à l'aide d'un bain à ultra-sons :

— les démonter;

— faire tremper dans un bain d'eau chaude et savonneuse à l'intérieur d'un laveur à ultra-sons, puis rincer abondamment avec de l'eau chaude;

— remettre tremper aux ultra-sons successivement dans des bains de méthanol, de chlorure de méthylène et d'hexane (environ 15 minutes dans chaque liquide).

2.2.6 Balais de cuivre

Effectuer le traitement des balais de cuivre de la façon suivante :

— préparer des balais de cuivre à l'aide de fils de cuivre;

— les brosser et les laver à l'eau chaude et au savon;

— les mettre durant 5 à 10 minutes dans un bain d'eau chaude et savonneuse à l'intérieur d'un laveur à ultra-sons;

— rincer à l'eau chaude;

— mettre dans un laveur à ultra-sons, durant 10 à 15 minutes, successivement dans chacun des solvants suivants : méthanol, chlorure de méthylène, hexane;

— rincer dans l'acide chlorhydrique concentré;

— rincer dans l'eau distillée extraite;

— rincer dans le méthanol;

— agiter pour sécher complètement;

— mettre dans des feuilles d'aluminium traitées jusqu'à utilisation.

2.2.7 Aiguilles pour l'évaporation sous azote

Mettre dans un laveur à ultra-sons environ 30 minutes successivement dans le chlorure de méthylène puis dans l'hexane.

2.2.8 Méthanol

Distiller le méthanol en procédant de la façon suivante (on fait référence à une bouteille de 4 L):

— recueillir les 400 mL de tête de distillation (soit le premier 10 %) dans un cylindre gradué de 500 mL et jeter;

— récupérer environ 3200 mL suivants dans une bouteille de 4 L, placer une feuille d'aluminium traitée sur le goulot, puis mettre le bouchon;

— jeter la queue de distillation (le dernier 10 %, soit 400 mL).

2.2.9 Eau distillée

Elle doit être extraite de la façon suivante :

1. dans une ampoule à décantation de 2 L, mettre environ 1 L d'eau distillée;
2. ajouter de l'hexane jusqu'à ce qu'il y en ait 1 à 2 cm au-dessus de l'eau;
3. agiter 2 minutes;
4. laisser reposer pour permettre une bonne séparation des deux phases;

5. recueillir la phase aqueuse dans un bécher, préalablement rincé 2 fois à l'hexane et asséché;

6. jeter la phase organique;

7. verser la phase aqueuse recueillie à l'étape "5" dans l'ampoule à décantation de 2 L;

8. reprendre les étapes "2" à "7" deux (2) fois;

9. verser l'eau extraite dans une bouteille préalablement rincée 2 fois à l'hexane et asséchée; bien identifier. Mettre une feuille de papier d'aluminium traitée sur le goulot, fermer à l'aide du bouchon.

2.2.10 Pierres à ébullition

Les pierres à ébullition sont traitées de la façon qui suit :

— extraire au chlorure de méthylène durant 24 h dans une nacelle (extracteur Soxhlet);

— extraire une seconde fois de la même façon que la première, en changeant le chlorure de méthylène et le ballon;

— sécher à l'étuve durant 24 h, à 70°C;

— conserver dans un récipient rincé 2 fois à l'hexane et asséché, puis garder bien fermé;

— rincer avant d'utiliser.

2.2.11 Papiers-filtres, 70 mm, sans cendres; cartouches pour les extractions

Effectuer le traitement de la façon suivante :

— extraire 24 h au chlorure de méthylène dans un extracteur Soxhlet de grande dimension sans utiliser de nacelle;

— extraire une seconde fois de façon analogue à la première, en changeant le chlorure de méthylène;

— sécher à l'étuve à 70°C, dans un bécher préalablement rincé 2 fois à l'hexane et asséché;

— manipuler avec précaution avec des pinces en acier inoxydable préalablement rincées à l'hexane;

— conserver dans un récipient bien fermé ou dans du papier d'aluminium, rincé 2 fois à l'hexane et asséché, jusqu'à utilisation.

2.2.12 Silice, alumine et sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4)

Ces composés sont traités individuellement mais de façon analogue :

— extraire au chlorure de méthylène durant 24 h dans une nacelle (extracteur Soxhlet);

— extraire une deuxième fois de façon semblable à la première, en changeant le chlorure de méthylène, le ballon et les pierres à ébullition (ou les billes de verre);

— mettre ensuite la cartouche contenant le produit extrait dans un bécher préalablement rincé 2 fois à l'hexane, recouvrir de feuilles d'aluminium traitées et placer le tout à l'étuve, à 70 °C, jusqu'à ce que le produit soit sec;

— verser ensuite le contenu de la nacelle dans un creuset, préalablement rincé 2 fois à l'hexane et asséché, en utilisant des pinces à creuset également rincées à l'hexane et asséchées;

— remettre à l'étuve à 70 °C;

— placer ensuite le produit extrait dans un récipient propre et bien identifié.

2.2.13 Laine de verre

Pour l'extraction et la conservation, procéder de la même façon que pour les pierres à ébullition; il n'est toutefois pas essentiel d'utiliser une cartouche dans l'extracteur Soxhlet. Manipuler avec des pinces rincées à l'hexane.

2.2.14 Préparation du standard interne

Pour cette préparation, le matériel et les produits utilisés sont :

— pinces en acier inoxydable;
— nacelles de pesée en aluminium (7 mm diamètre, 1 mm hauteur);
— micro-balance analytique;
— micro-spatule en acier inoxydable;
— seringue;
— fiole jaugée de 100 mL;
— n-hexadécane-d_{34}, n-tétracosane-d_{50}, n-hexatriacontane-d_{74};
— hexane.

Préparer une solution contenant 100 ng n-hexadécane-d_{34}, 100 ng n-tétracosane-d_{50} et 100 ng n-hexatriacontane-d_{74} par μL d'hexane de la façon suivante :

1. à l'aide d'une seringue, déposer approximativement 10 mg de n-hexadécane-d_{34} dans une nacelle de pesée, puis peser précisément;

2. verser le n-hexadécane-d_{34} dans une fiole jaugée contenant de l'hexane;

3. pour éviter de perdre une partie du standard on peut mettre la nacelle de pesée avec le n-hexadécane-d_{34} dans la fiole (corriger le volume d'hexane en conséquence);

4. répéter les 3 premières étapes pour les 2 autres composés deutériés, en utilisant une micro-spatule à la place d'une seringue;

5. ajuster le volume à 100 mL.

2.2.15 Préparation d'une solution d'hydroxyde de potassium 12 N

Pour cette préparation, le matériel et les produits utilisés sont :

— un bécher de 250 mL;
— un barreau magnétique;
— un agitateur magnétique;
— une boîte de Pétri pour couvrir le bécher;
— une ampoule à décanter de 250 mL, bouchon et robinet en *Téflon*;
— un entonnoir à poudre;
— un bain d'eau froide;
— hexane;
— eau distillée extraite;
— hydroxyde de potassium (KOH);

— rincer toute la vaisselle 2 fois à l'hexane, assécher;

— préparer un bain d'eau froide que l'on place sur la plaque agitatrice;

— dans un bécher propre, placer un barreau magnétique préalablement rincé à l'hexane, peser le tout et ajouter 135 g de KOH;

— ajouter l'eau distillée nécessaire, recouvrir avec le couvercle d'une boîte de Pétri et mettre sur la plaque agitatrice jusqu'à la mise en solution complète du KOH;

— après dissolution complète du KOH, ajuster le volume à 200 mL avec de l'eau distillée en tenant compte du volume du barreau magnétique;

— dans une ampoule de 250 mL, extraire le KOH 12 N préparé avec de l'hexane; extraire 3 fois avec environ 25 mL d'hexane. Utiliser l'entonnoir pour verser le KOH et l'hexane dans l'ampoule.

2.2.16 Gamme étalon

Pour permettre à la fois l'identification et la quantification, préparer une solution dans l'hexane contenant de 20 à 40 ng/μL des alcanes du C_{15} (pentadécane) au C_{32} (dotriacontane) additionnés des étalons internes n-hexadécane-d_{34}, n-tétracosane-d_{50} et n-hexatriacontane-d_{74} de la façon suivante :

— matériel nécessaire :

  — pinces en acier inoxydable;
  — nacelles de pesée en aluminium (7 mm diamètre, 1 mm hauteur);
  — micro-balance analytique;
  — micro-spatule en acier inoxydable;
  — seringue;
  — fiole jaugée de 100 mL;
  — alcanes du C_{15} (pentadécane) au C_{32} (dotriacontane), n-hexadécane-d_{34}, n-tétracosane-d_{50}, n-hexatriacontane-d_{74};
  — hexane;

— à l'aide d'une seringue, déposer de 2 à 4 mg de pentadécane dans une nacelle de pesée, puis peser précisément;

— verser le pentadécane dans une fiole jaugée contenant de l'hexane; pour éviter de perdre une partie du standard on peut mettre la nacelle de pesée avec l'alcane dans la fiole (corriger le volume d'hexane en conséquence);

— répéter pour les autres composés;

— utiliser une micro-spatule à la place d'une seringue lorsque les composés sont solides;

— ajuster le volume à 100 mL.

2.3 TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS ET ANALYSE CHIMIQUE

La figure 2 résume la procédure utilisée pour la caractérisation et l'identification des hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments. Cette procédure est décrite ci-dessous.

2.3.1 Tamisage, pourcentage d'eau

Utiliser cette procédure pour le tamisage de l'échantillon et pour le calcul du pourcentage d'eau contenu dans l'échantillon humide :

1. sortir du congélateur le pot contenant l'échantillon de sédiment à traiter et laisser dégeler;

2. matériel nécessaire :
   — tamis (ϕ = 1 mm) et fond;
   — assiette en *Pyrex*;
   — cuillère en acier inoxydable;
   — entonnoir à poudre d'environ 8 cm de diamètre supérieur;
   — ballon de 250 mL et bouchon correspondant;
   — pinces en acier inoxydable;
   — spatule;
   — plat de pesée en aluminium;

3. rincer tout le matériel à l'hexane 2 fois et égoutter le ballon;

4. verser une partie de l'échantillon (ou l'échantillon entier si possible) dans une assiette, homogénéiser, puis enlever les organismes, les coquillages et les roches à l'aide de pinces;

5. placer l'échantillon dans le tamis et, avec une cuillère pour presser sur le sédiment, passer;

6. ajouter le reste de l'échantillon et procéder de la même façon qu'aux étapes 4 et 5;

7. mélanger le sédiment tamisé de façon à le rendre bien homogène;

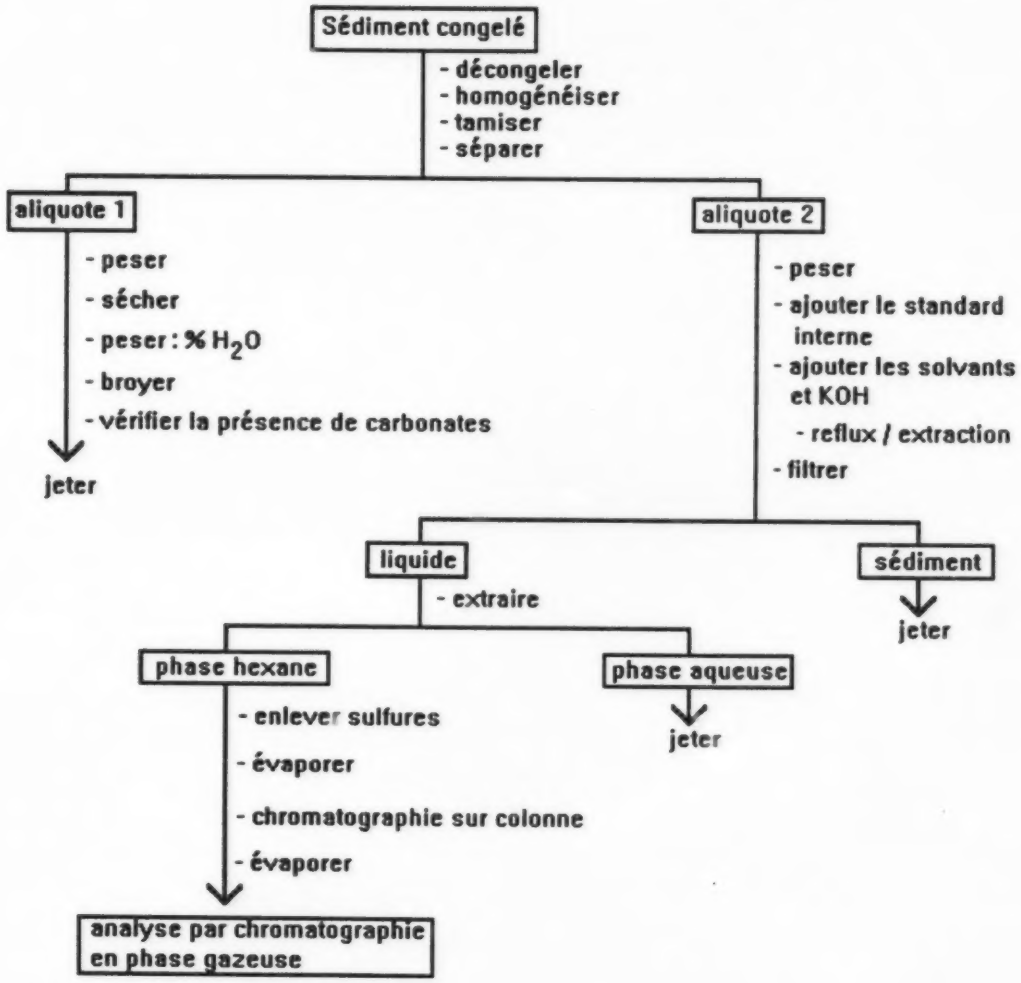


Figure 2. Protocole analytique pour le dosage des hydrocarbures aliphatiques dans les sédiments.

8. peser un ballon de 250 mL et un plat de pesée en aluminium;

9. mettre 3,5 à 4,5 g de sédiment humide tamisé et homogénéisé dans le plat de pesée. Noter le poids total du sédiment humide et du plat de pesée. Recouvrir d'une feuille d'aluminium le plat de pesée contenant le sédiment et perforer la feuille de papier d'aluminium. Mettre à l'étuve à 35°C, pendant quelques jours, jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Calculer le pourcentage d'eau contenu dans l'échantillon humide. Ce sous-échantillon, appelé ALIQUOTE 1 servira ultérieurement à vérifier s'il y a présence de carbonates dans le sédiment;

10. mettre environ 60 g de sédiment tamisé et homogénéisé dans le ballon de 250 mL préalablement pesé et identifié. Pour ce faire, utiliser l'entonnoir et une petite spatule. Peser le tout et noter le poids. Mettre le bouchon sur le ballon. Ce sous-échantillon est appelé ALIQUOTE 2. Si on ne peut poursuivre le traitement de l'ALIQUOTE 2 tout de suite, on scelle le ballon à l'aide de ruban de *Téflon* et on le place au congélateur à -20°C.

2.3.2 Broyage de l'ALIQUOTE 1

Le matériel utilisé pour le broyage de l'ALIQUOTE 1 est :

- un mortier;
- un pilon;
- une spatule;
- un entonnoir dont le diamètre supérieur est environ 3,5 cm;
- une pipette Pasteur;
- un flacon en verre d'environ 20 mL, feuille d'aluminium sous le couvercle;
- une étiquette.

- rincer à l'hexane le mortier, le pilon, la spatule et l'entonnoir, puis assécher;

- ne pas rincer le flacon, ni la pipette Pasteur;

- verser le contenu du plat de pesée (ALIQUOTE 1) dans le mortier et broyer l'échantillon à l'aide du pilon jusqu'à l'obtention d'une poudre fine;

- mettre l'entonnoir sur le flacon et y verser le sédiment broyé en s'aidant d'une pipette Pasteur pour accélérer le passage du sédiment;

- gratter le mortier et le pilon pour récupérer le maximum d'échantillon, l'ajouter dans l'entonnoir.

2.3.3 Carbonates

Vérifier la présence de carbonates dans l'échantillon :

— mettre environ 1 mL de HCl concentré dans un tube jetable;

— ajouter environ 0,1 à 0,2 g de l'ALIQUOTE 1;

— la formation de petites bulles de gaz indique la présence de carbonates.

2.3.4 Saponification/extraction

2.3.4.1 Reflux

Effectuer le reflux selon la méthode suivante (Gearing *et al.* 1980) :

— matériel nécessaire :

  — réfrigérant Liebig;
  — cylindres gradués 25 mL, 50 mL et 100 mL;
  — entonnoir à liquide d'un diamètre supérieur de 5 cm;
  — seringue à piston de 200 μL;
  — échantillon ALIQUOTE 2;
  — standard interne;
  — hexane, méthanol, KOH 12N et azote gazeux ultra pur;

— rincer la vaisselle 2 fois à l'hexane;

— rincer l'embout et l'intérieur du réfrigérant à l'hexane, puis recouvrir de feuilles de papier d'aluminium traitées;

— mettre 100 μL de standard interne dans le ballon contenant l'échantillon ALIQUOTE 2 avec la seringue à piston préalablement rincée à l'hexane, puis laisser reposer de 30 à 60 min; laisser dégeler l'échantillon avant d'y mettre le standard lorsque cela s'applique;

— à l'aide de l'entonnoir, ajouter dans l'ordre 45 mL d'hexane, 90 mL de méthanol et 13 mL

de KOH 12N en utilisant les cylindres gradués appropriés pour effectuer ces ajouts;

— sans attendre, mettre à reflux durant 4 h, les 20 premières minutes se faisant sous atmosphère d'azote, puis recouvrir le réfrigérant de feuilles d'aluminium traitées;

— laisser refroidir puis rincer le réfrigérant 2 fois à l'hexane en récupérant l'hexane de rinçage dans le ballon contenant l'échantillon;

— démonter et boucher immédiatement le ballon;

— mesurer le pH de la phase aqueuse dans le ballon en utilisant un capillaire rincé à l'hexane pour aspirer l'échantillon;

— le pH doit être d'environ 10 ou 11. S'il est inférieur à 8, ajouter de nouveau du KOH 12N et mettre à reflux encore pendant 4 heures;

Si on ne peut poursuivre le traitement de l'ALIQUOTE 2 tout de suite après cette étape, sceller le ballon à l'aide de ruban de *Téflon* et placer au congélateur à -20°C.

2.3.4.2 Filtration sous vide

Le matériel nécessaire pour effectuer cette étape est :

— une fiole à filtration Erlenmeyer de 500 mL;
— un bouchon de caoutchouc no. 6, troué en son centre et enrobé de ruban de *Téflon*;
— un bécher de *Téflon*, troué en son centre, d'environ 50 mL;
— un entonnoir filtrant de Buchner d'un diamètre d'environ 8,5 cm;
— papier-filtre sans cendres d'un diamètre de 70 mm;
— une paire de pinces en acier inoxydable;
— hexane;
— méthanol;

— rincer 2 fois la fiole Erlenmeyer, le bécher de *Téflon*, la paire de pinces et l'entonnoir filtrant de Buchner avec de l'hexane;

— insérer le bouchon de caoutchouc sur l'embout de l'entonnoir, rincer l'embout de l'entonnoir avec de l'hexane, placer le bécher de *Téflon* par dessus ce montage, placer cet ensemble sur une fiole Erlenmeyer;

— placer un filtre extrait au chlorure de méthylène dans l'entonnoir;

— rincer le filtre avec de l'hexane, puis faire le vide;

— verser la partie liquide de l'échantillon (ALIQUOTE 2 après reflux) dans l'entonnoir, filtrer, puis verser la partie solide;

— rincer le ballon 2 fois avec du méthanol et ajouter le méthanol de rinçage dans l'entonnoir;

— rincer le ballon 1 fois avec de l'hexane et ajouter cet hexane de rinçage dans l'entonnoir;

— compléter la filtration (le solide a alors tendance à casser sur le filtre);

— démonter le système;

— rincer l'extrémité de l'entonnoir avec de l'hexane;

— jeter le filtre et le solide qu'il contient;

— bien recouvrir la fiole Erlenmeyer de feuilles d'aluminium traitées et la placer au congélateur, à -20°C, si on ne peut passer immédiatement à l'étape suivante.

2.3.4.3 Extraction

Pour cette étape, rincer 2 fois à l'hexane le matériel suivant :

— une ampoule à décantation de 500 mL avec un robinet en *Téflon*;
— un tube à évaporation de 200 mL;
— un entonnoir à poudre d'un diamètre supérieur d'environ 8 cm;
— un cylindre gradué de 25 mL;

— mettre l'entonnoir sur l'ampoule à décanter;

— verser le filtrat obtenu à l'étape précédente dans l'ampoule;

— rincer la fiole Erlenmeyer avec 25 mL d'hexane, puis verser l'hexane de rinçage dans l'ampoule;

— agiter l'ampoule contenant l'ALIQUOTE 2 et l'hexane de rinçage durant 2 minutes, puis laisser reposer pour permettre une bonne séparation des 2 phases;

— remettre la phase inférieure (aqueuse + méthanol) dans la fiole Erlenmeyer et recouvrir d'une feuille d'aluminium traitée;

— récupérer la phase organique dans un tube à évaporation, puis recouvrir d'une feuille d'aluminium traitée. S'il y a émulsion, on récupère cette phase dans une bouteille à centrifugation, préalablement rincée 2 fois à l'hexane, d'environ 250 mL;

— reprendre l'extraction 2 autres fois, en versant à chaque fois la phase organique dans le tube à évaporation, ou dans la bouteille à centrifugation, et la phase aqueuse dans la fiole Erlenmeyer;

— après ces 3 extractions, s'il y a eu émulsion, centrifuger alors la phase récupérée pendant 10 minutes, à -10°C et 2800 RPM, puis recouvrer le surnageant dans un tube à évaporation à l'aide d'une pipette Pasteur préalablement rincée à l'hexane;

— couvrir le tube à évaporation (la phase organique brute contient la portion **non-saponifiable** de l'échantillon) d'une feuille d'aluminium traitée et le placer au congélateur, à -20°C, si on ne peut poursuivre immédiatement le traitement de l'échantillon;

— jeter la phase aqueuse.

2.3.5 Désoufrage

Utiliser cette procédure pour le désoufrage (Blumer 1957) :

1. Rincer un balai de cuivre, dans l'ordre suivant :
   — avec HCl concentré;
   — avec de l'eau distillée;
   — avec du méthanol;
   faire sécher le balai à l'air en l'agitant, le rincer à l'hexane, puis le faire sécher à l'air à nouveau en l'agitant;

2. mettre un balai dans le tube à évaporation contenant la fraction non-saponifiable de l'échantillon;

3. attendre environ 15 minutes;

4. noter s'il y a présence ou absence de soufre; si le balai noircit, il y a présence de soufre;

5. avant de sortir le balai complètement de l'échantillon, le rincer avec de l'hexane en prenant soin de récupérer l'hexane de rinçage dans le tube à évaporation; on peut utiliser une pipette Pasteur préalablement rincée à l'hexane pour laver le balai;

6. sortir le balai de l'échantillon;

7. reprendre l'étape 1;

8. lorsqu'il y a du soufre, replonger le balai dans l'échantillon; procéder ainsi (étapes 2 à 7) jusqu'à ce que le balai ne noircisse plus;

9. si on ne peut poursuivre le traitement de l'échantillon, mettre une feuille d'aluminium traitée sur le tube à évaporation et le placer au congélateur, à -20°C.

2.3.6 Évaporation

Le matériel nécessaire est le suivant :

— évaporateur et accessoires;
— un tube à vis de 13 mL;
— 2 pipettes Pasteur préalablement rincées à l'hexane;
— hexane;
— concentrateur sous jet d'azote;
— azote gazeux haute pureté;

— préparer l'évaporateur selon les recommandations du manufacturier;

— mettre délicatement l'échantillon après son désoufrage dans l'évaporateur;

— évaporer jusqu'à environ 0,5 mL;

— sortir le tube à évaporation contenant l'échantillon de l'évaporateur, recouvrir de papier d'aluminium traité;

— rincer 2 fois à l'hexane une petite éprouvette vissable d'environ 13 mL;

— transférer l'échantillon contenu dans le tube à évaporation, préalablement évaporé à 0,5 mL, dans le tube de 13 mL en utilisant une première pipette Pasteur propre; placer l'éprouvette et le tube à évaporation très près l'un de l'autre pour ne pas perdre d'échantillon;

— prendre une seconde pipette Pasteur propre, la remplir d'hexane et la vider dans le tube à évaporation pour le rincer, puis agiter légèrement le tube pour récupérer une quantité maximale d'échantillon;

— l'hexane de rinçage est ensuite ajouté dans l'éprouvette de 13 mL à l'aide de la première pipette Pasteur;

— répéter 2 fois les 2 étapes précédentes;

— concentrer par évaporation sous jet d'azote purifié jusqu'à environ 1 mL;

— couvrir de papier d'aluminium traité, mettre le bouchon et conserver à -20°C jusqu'à la prochaine étape.

2.3.7 Colonne (Gearing *et al.* 1978)

2.3.7.1 Conditionnement de la silice et de l'alumine déjà extraites

Cette procédure décrit le conditionnement de la silice et de l'alumine déjà extraites :

— rincer 2 fois à l'hexane 2 fioles Erlenmeyer de 125 mL et les bouchons correspondants, assécher;

— identifier les fioles Erlenmeyer et les bouchons;

— peser les fioles Erlenmeyer et les bouchons;

— verser dans une fiole Erlenmeyer la silice et dans une autre fiole l'alumine à l'aide d'entonnoirs préalablement rincés à l'hexane;

— recouvrir de feuilles d'aluminium traitées les 2 fioles Erlenmeyer et ranger les bouchons;

— mettre les fioles Erlenmeyer au four à 200°C durant environ 12 heures;

— sortir les fioles Erlenmeyer du four et mettre les bouchons;

— peser les fioles Erlenmeyer avec leurs bouchons;

— calculer par différence les poids d'alumine et de silice;

— directement sur la balance, ajouter 5 % (p/p) d'eau distillée extraite (poids d'eau / poids d'alumine ou de silice);

— refermer les fioles Erlenmeyer avec leurs bouchons respectifs et agiter fermement jusqu'à apparence nettement poudreuse;

— sceller au ruban de *Téflon* et mettre au dessiccateur jusqu'à utilisation;

— avant d'utiliser, agiter de nouveau jusqu'à apparence poudreuse.

2.3.7.2 Conditionnement du sulfate de sodium déjà extrait

Utiliser cette méthode pour le conditionnement du sulfate de sodium déjà extrait :

— rincer 2 fois à l'hexane une fiole Erlenmeyer de 125 mL et un bouchon, assécher;

— à l'aide d'un entonnoir à poudre préalablement rincé à l'hexane et asséché, verser Na_2SO_4 extrait dans la fiole Erlenmeyer;

— couvrir la fiole Erlenmeyer d'une feuille d'aluminium traitée et mettre le bouchon de côté;

— mettre au four à 100°C durant 12 heures;

— sortir du four, mettre le bouchon et sceller au ruban de *Téflon*;

— mettre au dessiccateur jusqu'à utilisation;

— bien agiter avant d'utiliser.

2.3.7.3 Préparation de la colonne

Pour cette préparation, le matériel nécessaire est le suivant :

— hexane;
— colonne pour chromatographie (10.5 mm diamètre intérieur, 250 mm longueur, réservoir 200 mL, robinet en *Téflon*);
— pipettes Pasteur;
— 2 paires de pinces en acier inoxydable;
— laine de verre extraite;
— longue tige de verre d'environ 7,5 mm de diamètre;
— essuie-tout de papier;
— support à burette;
— bécher d'environ 200 mL;
— entonnoir à liquide (environ 4 cm diamètre supérieur);
— papier d'aluminium;
— cylindre gradué de 10 mL;

— bécher de 50 mL;
— silice fraîchement conditionnée;
— alumine fraîchement conditionnée;
— Na_2SO_4 fraîchement conditionné;

— rincer à l'hexane, l'intérieur et l'embout d'une colonne pour chromatographie à l'aide d'une pipette Pasteur;

— à l'aide de 2 paires de pinces préalablement rincées à l'hexane, découper suffisamment de laine de verre extraite pour mettre dans le bas de la colonne;

— placer la laine de verre à l'aide d'une longue tige de verre rincée à l'hexane, puis tasser la laine de verre dans le bas de la colonne;

— mettre un essuie-tout de papier replié autour de la colonne sous la pince supérieure du support à burette pour éviter de contaminer l'embout extérieur de la colonne;

— mettre un bécher d'environ 200 mL sous la colonne;

— rincer à l'hexane un entonnoir à liquide;

— rincer la colonne avec de l'hexane à l'aide d'une pipette Pasteur;

— vider complètement la colonne;

— fermer le robinet;

— emplir la colonne à moitié avec de l'hexane, couvrir avec une feuille de papier d'aluminium traitée;

— rincer à l'hexane un cylindre gradué de 10 mL, assécher;

— à l'aide de l'entonnoir, verser la silice dans le cylindre gradué jusqu'au trait marquant 10 mL;

— tasser la silice au maximum en frappant le cylindre sur le comptoir et ajouter de la silice au besoin;

— rincer 2 fois à l'hexane un bécher de 50 mL et l'assécher;

— mettre environ 20 mL d'hexane dans le bécher de 50 mL;

— verser la silice dans le bécher de 50 mL;

— agiter pour faire sortir l'air et pour obtenir un "mélange" (utiliser une pipette Pasteur);

— ajouter la suspension silice/hexane dans la colonne en utilisant une pipette Pasteur préalablement rincée à l'hexane, ouvrir le robinet de la colonne;

— lorsque toute la silice a été ajoutée dans la colonne, frapper sur la colonne pour que la silice soit bien tassée;

— laisser descendre le niveau d'hexane, sans assécher la colonne;

— à l'aide de l'entonnoir, mettre de l'alumine dans le cylindre gradué de 10 mL, la tasser en frappant le cylindre gradué sur le comptoir jusqu'à ce que le niveau d'alumine soit vis-à-vis le trait marquant 10 mL;

— mettre l'alumine en "suspension" dans l'hexane et l'ajouter dans la colonne, en procédant de la même façon qu'avec la silice;

— lorsque toute l'alumine a été ajoutée dans la colonne, frapper sur celle-ci pour tasser l'alumine au maximum;

— laisser descendre le niveau d'hexane, sans assécher la colonne;

— utiliser l'entonnoir pour ensuite verser le Na_2SO_4 dans le cylindre, le tasser en frappant le cylindre sur le comptoir, ajouter le Na_2SO_4 jusqu'à ce que son volume soit d'environ 1 mL;

— ajouter le Na_2SO_4 dans la colonne en faisant une suspension dans l'hexane, en procédant de la même façon qu'avec la silice;

— laisser descendre le niveau d'hexane;

— ajouter environ 15 mL d'hexane et laisser s'écouler jusqu'à environ 2 mm au-dessus du Na_2SO_4. La colonne est prête à être utilisée.

2.3.7.4 Séparation sur colonne

Utiliser cette procédure pour effectuer la séparation sur colonne :

— rincer 2 fois à l'hexane et assécher un tube à évaporation de 200 mL;

— mettre le tube à évaporation sous la colonne;

— à l'aide d'une pipette Pasteur déjà rincée à l'hexane, ajouter délicatement l'échantillon sur le dessus de la colonne — note : si on a utilisé une plus grande quantité d'échantillon que celle recommandée ou si on soupçonne que la concentration en hydrocarbures sera élevée, on peut ajouter seulement une partie de l'échantillon pour ne pas surcharger la colonne, on utilisera alors une seringue pour mesurer le volume et ajouter l'échantillon;

— mettre 20 mL d'hexane dans le bécher de 50 mL;

— utiliser l'hexane du bécher de 50 mL : ajouter l'équivalent d'une pipette Pasteur d'hexane dans le tube de 13 mL qui contenait l'échantillon, ajouter cet hexane de rinçage dans la colonne, ouvrir le robinet et laisser s'écouler jusqu'à ce que le niveau d'hexane soit environ 2 mm au-dessus du Na_2SO_4;

— refaire 2 fois l'étape précédente;

— ajouter le reste des 20 mL d'hexane dans la colonne à l'aide d'une pipette Pasteur;

— laisser descendre le niveau d'hexane jusqu'à environ 2 mm au-dessus de la colonne;

— remplacer immédiatement le tube à évaporation par un autre contenant;

— laisser s'écouler l'hexane jusqu'à l'assèchement de la colonne;

— mettre une feuille d'aluminium traitée sur le tube à évaporation et le placer au congélateur, à -20 °C, si on ne peut poursuivre les manipulations.

2.3.7.5 Évaporation de la fraction récupérée lors de la séparation sur colonne

Le matériel nécessaire est :

— évaporateur et accessoires;
— un tube à vis de 13 mL;
— pipettes Pasteur préalablement rincées à l'hexane;
— hexane;
— concentrateur sous jet d'azote;
— azote gazeux haute pureté;

— préparer l'évaporateur selon les recommandations du manufacturier;

— évaporer sous jet d'azote la fraction récupérée lors de la séparation sur colonne jusqu'à environ 0,5 mL;

— sortir le tube à évaporation de l'évaporateur;

— transférer la fraction évaporée dans un tube de 13 mL, préalablement rincé à l'hexane et identifié, en utilisant une première pipette Pasteur propre; placer l'éprouvette et le tube à évaporation très près l'un de l'autre pour ne pas perdre d'échantillon;

— prendre une seconde pipette Pasteur propre, la remplir d'hexane et la vider dans le tube à évaporation pour le rincer, agiter légèrement le tube, récupérer une quantité maximale d'échantillon;

— l'hexane de rinçage est ensuite ajouté dans l'éprouvette de 13 mL à l'aide de la première pipette Pasteur;

— répéter 2 fois les 2 étapes précédentes;

— concentrer sous jet d'azote jusqu'à environ 1 mL;

— couvrir le tube d'une feuille d'aluminium traitée, mettre le bouchon et conserver à -20 °C jusqu'à l'analyse en chromatographie gazeuse;

— avant l'analyse en chromatographie gazeuse, évaporer de nouveau sous azote jusqu'à environ 500 µl, ce volume pouvant varier d'un échantillon à l'autre.

2.4 IDENTIFICATION ET QUANTIFICATION

2.4.1 Blancs

Outre les précautions prises pour contrôler la propreté des matériaux et la qualité des solvants, on effectue un blanc analytique intégrant tout le mode opératoire. Pour le déterminer, on prend un volume de solvants d'extraction et de KOH égal à celui que l'on utilise pour extraire un échantillon, on ajoute un standard interne et on lui fait subir exactement le même traitement que l'extrait.

Un blanc est effectué avec chaque série d'échantillons analysés simultanément, et pour chaque lot de solvants.

2.4.2 Analyse par chromatographie en phase gazeuse

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse s'effectue de la façon suivante :

— installer une colonne non polaire dans le chromatographe à gaz;

— vérifier les fuites;

— établir une ligne de base avec de l'hexane dans les conditions décrites ci-après;

— injecter 1 µL de l'échantillon dans les conditions opératoires suivantes :

— injecteur (Grob, 1987) :
programmation de la température de l'injecteur :
— température initiale 50 °C, 100 °C/min jusqu'à 300 °C, 300 °C pendant 118,5 min;

— colonne :
pression du gaz vecteur (hélium ultra-pur) 12 PSI, débit 1 mL/min;

— four :
température d'injection 50 °C.

L'injection est réalisée selon le mode "on-column". La température du four est maintenue à 50 °C pendant 3 min, puis la température de la colonne est portée progressivement à 300 °C à raison de 3 °C/min, la température est ensuite maintenue à 300 °C pendant 33 min;

— détecteur :
détecteur à ionisation de flamme, 330 °C.
Hydrogène ultra-pur 40 PSI, débit 25 mL/min, air (grade ultra-zéro) 60 PSI, débit 300 mL/min;

— effectuer l'identification des pics en comparant à la gamme étalon;

— effectuer la quantification en comparant la surface des pics chromatographiques des étalons internes à celles des composés résolus et à celle du mélange complexe non résolu (unresolved complex mixture, UCM).

2.4.3 Remarques sur l'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Les n-alcanes et les hydrocarbures isoprénoïdes sont identifiés par comparaison aux temps de rétention de solutions standards sur la colonne non polaire DB-5. D'autres composés sont, à titre d'essai, identifiés en utilisant les indices de Kovat trouvés dans la littérature. Ces composés doivent plus tard être confirmés par GC-MS.

Des solutions étalons quantitatives de n-alcanes et de standards internes sont injectées périodiquement de façon à calculer les facteurs de réponse relatifs. Avec une injection "on-column", ceux-ci devraient différer par moins de 10 % sur l'échelle de poids moléculaire de 200 à 500 unités de masse atomique. S'il en est ainsi, aucune correction n'est effectuée pour les facteurs de réponse relatifs. Si ces facteurs montrent plus de variation, les conditions chromatographiques sont vérifiées et toute fuite est corrigée.

Toute quantification s'effectue par la méthode des standards internes; les standards étant ajoutés au début de l'extraction de façon à annuler l'effet de pertes lors du traitement. Les trois standards utilisés couvrent l'échelle des poids moléculaires à l'étude de sorte que tout processus tel l'évaporation, qui peut altérer la distribution relative, soit détecté. La quantification est normalement faite en utilisant l'aire des pics; la hauteur des pics est cependant utilisée comme vérification indépendante, spécialement pour les pics qui ne sont pas complètement résolus. L'enveloppe non résolue est quantifiée en soustrayant la ligne de base obtenue avec de l'hexane et en assumant le même facteur de réponse que les n-alcanes. La mesure de l'aire est effectuée avec un intégrateur, un planimètre ou encore par pesée.

Pour un échantillon de sédiment de 40 g, la limite de détection est de moins de 1 ng/g pour les composés individuels. La précision intra-laboratoire, déterminée par l'analyse de réplicats d'un échantillon de sédiment homogénéisé, est de 8 % (coefficient de variation). La justesse, obtenue par la mesure de composés individuels standards, est de 5 à 10 %. La justesse, déterminée par l'analyse d'échantillons de sédiment lors d'exercices d'intercalibration, est de 15 à 25 % de la moyenne du groupe. Les résultats de notre laboratoire ne peuvent pas être statistiquement distingués de ceux obtenus dans d'autres laboratoires.

3.0 RÉSULTATS

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 805.

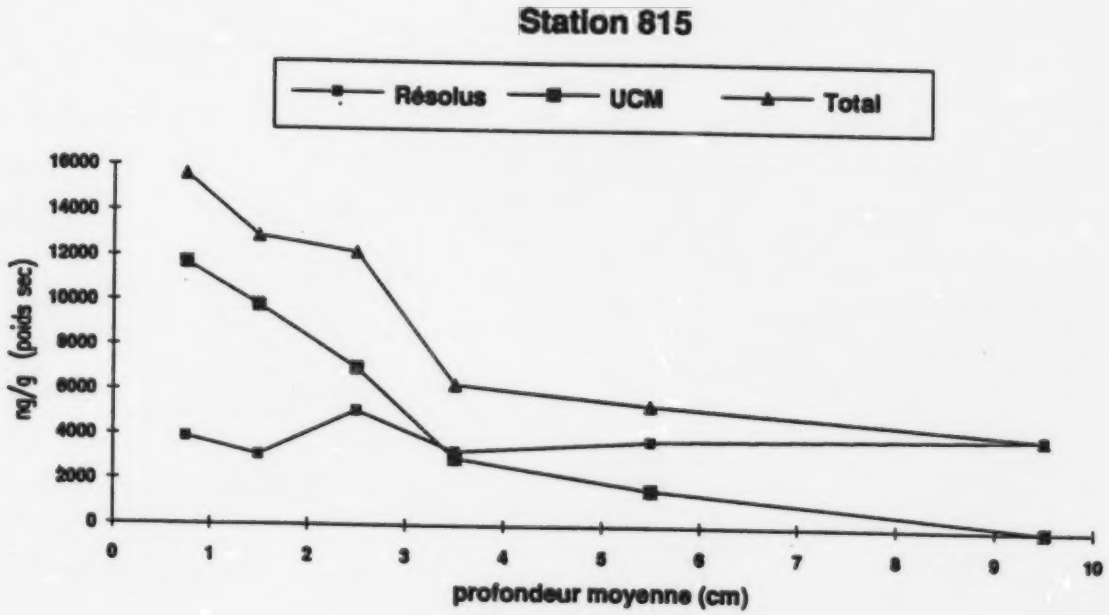
STATION	805
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	Présence de coquillages
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	8400
UCM	25500
Total	33900
N-ALCANES	
C12	
C13	76
C14	163
C15	313
C16	402
C17	510
C18	507
C19	491
C20	414
C21	351
C22	300
C23	272
C24	264
C25	223
C26	196
C27	198
C28	157
C29	156
C30	101
C31	86
C32	75
C33	67
C34	40
C35	31
C36	58
ISOPRÉNOÏDES	
ISOP-16	162
ISOP-18	279
ISOP-21	78
PHYTANE	225
PRISTANE	292
N-ALCENES	
23:1	
25:1	
27:1	
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	
2082	

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 810.

STATION	810
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	3100
UCM	400
Total	3500
N-ALCANES	
C12	
C13	
C14	
C15	5
C16	2
C17	21
C18	4
C19	13
C20	14
C21	43
C22	38
C23	132
C24	55
C25	178
C26	61
C27	245
C28	49
C29	207
C30	78
C31	125
C32	32
C33	43
C34	4
C35	8
C36	2
ISOPRÉNOÏDES	
ISOP-16	0
ISOP-18	1
ISOP-21	1
PHYTANE	3
PRISTANE	2
N-ALKÈNES	
23:1	4
25:1	8
27:1	6
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	31
2082	2

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 815.

STATION	815	815	815	815	815	815
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	0.5-1.0	1.0-2.0	2.0-3.0	3.0-4.0	4.0-7.0	7.0-12
NOTES						
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES						
Résolus	3900	3100	5100	3300	3800	4100
UCM	11700	9800	7000	3000	1600	0
Total	15600	12900	12200	6300	5400	4100
N-ALCANES						
C12						
C13	12	14	8	4	4	4
C14	21	18	12	7	7	7
C15	34	28	16	13	12	8
C16	36	27	18	13	10	10
C17	153	104	73	60	55	60
C18	44	32	25	21	20	25
C19	48	41	43	39	45	51
C20	48	37	48	45	55	67
C21	64	67	121	123	139	155
C22	55	56	121	118	138	159
C23	131	150	367	342	398	438
C24	67	70	165	135	151	162
C25	191	198	503	386	423	425
C26	72	68	173	119	128	127
C27	205	217	597	367	389	367
C28	51	48	129	65	66	70
C29	188	176	455	245	254	239
C30	51	41	142	112	124	129
C31	133	98	263	113	117	106
C32	15	28	52	39	47	52
C33	46	23	76	27	30	26
C34	23	5	13	3	2	3
C35	25	10	17	5	5	5
C36	4	3	1	2	0	0
ISOPRÉNOÏDES						
ISOP-16	14	13	9	5	7	5
ISOP-18	25	17	13	6	7	6
ISOP-21	12	14	10	4	5	5
PHYTANE	26	19	20	21	24	22
PRISTANE	20	21	19	16	16	10
N-ALCENES						
23:1	15	16	18	13	18	15
25:1	40	30	40	40	35	20
27:1						
AUTRES (INDICES DE KOVAT)						
1959		20	32	36	43	33
2082	7	21	18	7	8	5


Station 815
Résolus
UCM
Total
ng/g (poids sec)
16000
14000
12000
10000
8000
6000
4000
2000
0
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
profondeur moyenne (cm)

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 820.

STATION	820
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	8200
UCM	10100
Total	18300
N-ALCANES	
C12	
C13	66
C14	184
C15	404
C16	551
C17	647
C18	549
C19	482
C20	357
C21	295
C22	226
C23	219
C24	124
C25	162
C26	85
C27	112
C28	40
C29	76
C30	30
C31	40
C32	20
C33	15
C34	15
C35	15
C36	60
ISOPRÉNOÏDES	
ISOP-16	126
ISOP-18	253
ISOP-21	78
PHYTANE	160
PRISTANE	217
N-ALCENES	
23:1	
25:1	
27:1	
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	
2082	

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 830.

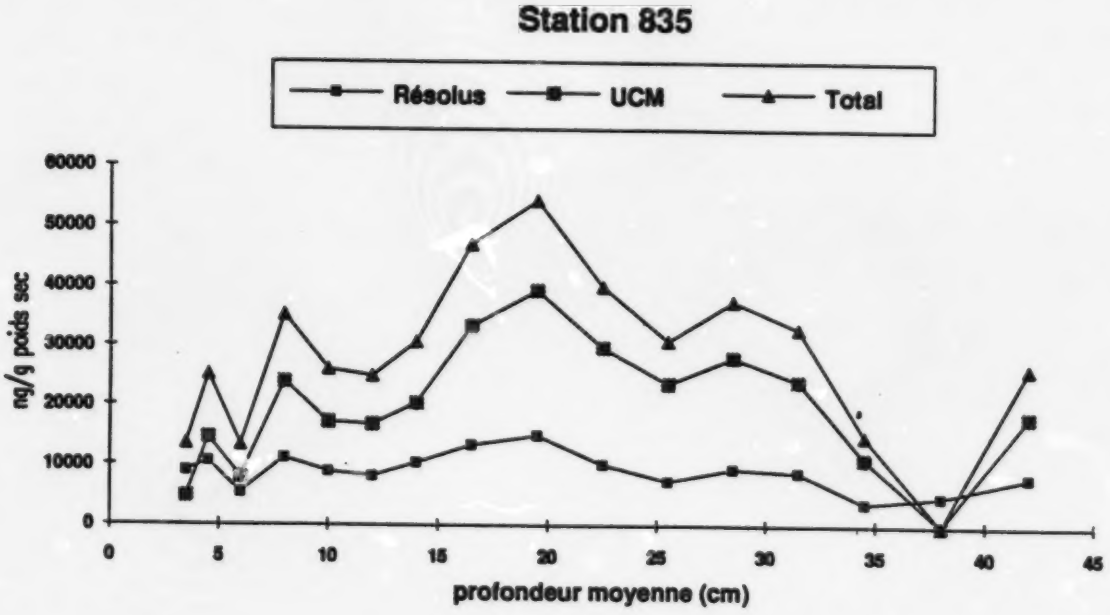
STATION	830
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	10800
UCM	23200
Total	34000
N-ALCANES	
C12	113
C13	100
C14	105
C15	173
C16	124
C17	196
C18	106
C19	96
C20	61
C21	77
C22	40
C23	71
C24	51
C25	145
C26	101
C27	162
C28	90
C29	347
C30	70
C31	148
C32	64
C33	70
C34	83
C35	91
C36	48
ISOPRÉNOÏDES	
ISOP-16	119
ISOP-18	109
ISOP-21	49
PHYTANE	86
PRISTANE	122
N-ALCENES	
23:1	
25:1	
27:1	
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	
2082	

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 835.

STATION	835	835	835	835	835	835	835	835	835
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	3.0-4.0	4.0-5.0	5.0-7.0	7.0-9.0	9.0-11	11-13	13-15	15-18	18-21
NOTES	Présence abondante de coquillages								
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES									
Résolus	9000	10600	5400	11200	8900	8200	10400	13400	15000
UCM	4700	14600	8000	24000	17200	16900	20400	33500	39400
Total	13600	25200	13400	35300	26100	25000	30800	47000	54300
N-ALCANES									
C12	98			63	41	26	24	33	39
C13	171		11	111	75	59	59	75	72
C14	207	82	63	155	109	99	92	105	105
C15	308	238	140	217	156	146	147	160	169
C16	257	272	143	197	148	137	180	152	159
C17	476	546	287	450	379	333	374	372	437
C18	250	276	128	208	153	137	180	162	183
C19	220	325	91	248	171	163	209	181	212
C20	187	207	92	177	109	90	154	135	157
C21	244	266	110	269	193	140	250	238	277
C22	206	206	73	177	101	84	171	162	184
C23	436	405	131	415	240	216	400	447	458
C24	192	174	49	147	84	89	168	189	205
C25	415	462	100	354	184	236	410	522	462
C26	148	134	36	131	64	90	148	190	214
C27	394	336	102	401	202	338	416	758	554
C28	77	67	24	84	66	75	95	130	124
C29	278	289	79	341	184	338	321	681	444
C30	94	54	45	114	67	75	109	150	149
C31	135	121	40	172	91	208	182	400	247
C32	54	28	21	69	37	73	64	149	35
C33	47	35	7	44	17	64	43	103	60
C34	16	6	3	9	7	28	17	37	19
C35	22	9	3	11	4	33	22	25	21
C36	13	3	1	4	0	19	11	14	22
ISOPRÉNOÏDES									
ISOP-16	45	56	37	75	60	55	53	21	83
ISOP-18	43	60	40	83	69	65	70	21	94
ISOP-21	18	66	20	30	20	20	64	45	40
PHYTANE	40	90	39	81	81	74	99	45	128
PRISTANE	80	90	46	72	57	65	99	40	98
N-ALCENES									
23:1	57	70	27	107	89	57	122	123	168
25:1	82	140	30	128	99	89	174	256	261
27:1									100
AUTRES (INDICES DE KOVAT)									
1959			33	71	64	70	88	40	101
2082	45	146	83	206	145	103	161	117	179

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 835.

STATION	835	835	835	835	835	835	835
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	21-24	24-27	27-30	30-33	33-36	36-40	40-44
NOTES	Présence abondante de coquillages						
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES							
Résolus	10100	7300	9400	8800	3700	4800	8200
UCM	29900	23700	28200	24200	11200	0	18400
Total	40000	31000	37600	33000	14900	0	26500
N-ALCANES							
C12	26		35	40	18		
C13	54		75	74	32		33
C14	76		115	103	49	50	54
C15	121	75	174	160	77	113	83
C16	117	102	150	150	73	145	81
C17	345	355	375	413	201	364	238
C18	138	140	134	163	71	148	108
C19	162	154	157	170	70	150	122
C20	125	113	129	131	53	101	108
C21	217	165	199	175	98	153	185
C22	138	74	111	91	58	86	132
C23	358	194	236	179	109	196	306
C24	143	75	88	61	43	74	180
C25	346	163	170	148	77	171	327
C26	136	79	63	40	29	73	140
C27	407	200	178	140	63	183	377
C28	77	50	57	25	16	59	109
C29	317	193	176	80	44	152	340
C30	75	119	71	40	24	84	95
C31	189	125	144	60	27	63	217
C32	70	53	56	54	25	71	71
C33	43	28	29	18	9	36	53
C34	16	9	11	4	3	7	19
C35	15	13	12	6	4	11	23
C36	6	4	5	4	3	7	37
ISOPRÉNOÏDES							
ISOP-16	54	36	30	40	20	25	16
ISOP-18	54	55	30	40	20	42	21
ISOP-21	25	25	10	10	5	11	6
PHYTANE	79	93	50	45	29	42	27
PRISTANE	59	69	56	60	32	53	36
N-ALCENES							
23:1	116	70	88	42	22	34	40
25:1	171	91	100	56	34	45	71
27:1	75	30	25		10	23	36
AUTRES (INDICES DE KOVAT)							
1959	71	79	100	116	30	71	45
2082	194	176	280	150	55	88	54


Station 835
Résolus
UCM
Total
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
ng/g poids sec
0
5
10
15
20
25
30
35
40
45
profondeur moyenne (cm)

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 840.

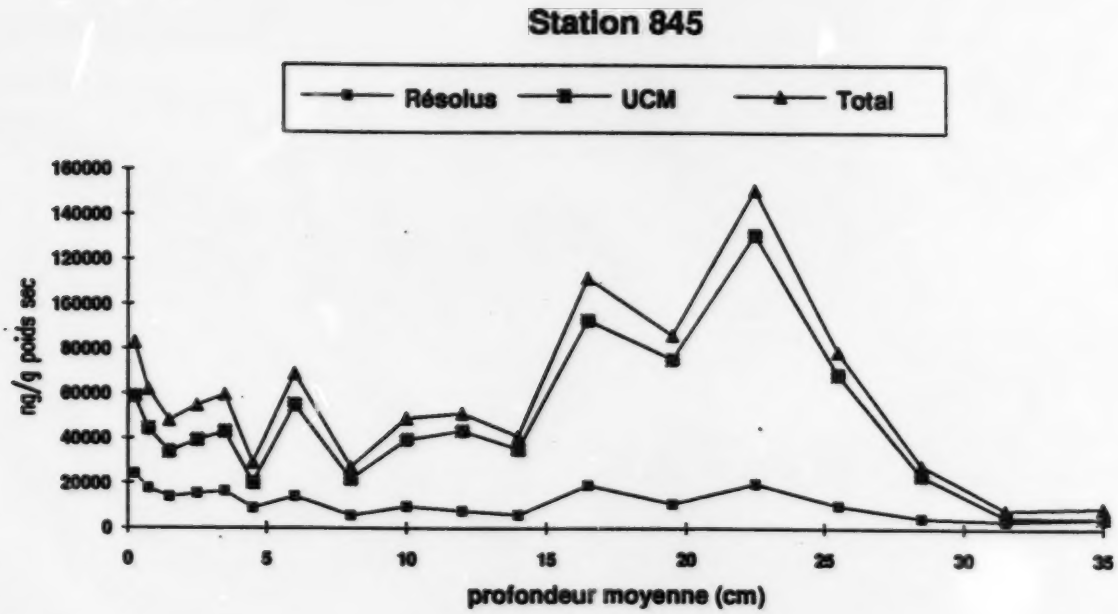
STATION	840
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	14800
UCM	62900
Total	77700
N-ALCANES	
C12	
C13	50
C14	100
C15	235
C16	132
C17	736
C18	129
C19	157
C20	109
C21	254
C22	135
C23	396
C24	130
C25	496
C26	140
C27	550
C28	130
C29	641
C30	95
C31	375
C32	88
C33	110
C34	64
C35	78
C36	25
ISOPRÉNOÏDES	
ISOP-16	60
ISOP-18	50
ISOP-21	25
PHYTANE	90
PRISTANE	80
N-ALCENES	
23:1	140
25:1	218
27:1	120
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	158
2082	296

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 845.

STATION	845	845	845	845	845	845	845	845	845
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	0.0-0.5	0.5-1.0	1.0-2.0	2.0-3.0	3.0-4.0	4.0-5.0	5.0-7.0	7.0-9.0	9.0-11
NOTES	Présence abondante de coquillages								
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES									
Résolus	24100	17500	13800	15400	16400	8900	14000	5600	9500
UCM	58700	44300	34100	39300	43000	20100	55000	21800	39500
Total	82800	61800	47900	54600	59400	29000	69000	27400	49000
N-ALCANES									
C12	37								
C13	52	21	25	30	30	20	38	32	30
C14	75	42	40	55	62	39	55	45	44
C15	647	185	160	210	140	85	105	88	84
C16	142	83	92	98	94	66	94	60	65
C17	1685	972	1099	1104	911	550	863	500	614
C18	149	98	115	119	125	82	137	64	92
C19	234	159	179	187	197	126	230	115	169
C20	125	83	98	102	125	75	132	50	84
C21	275	192	220	238	282	135	219	87	152
C22	143	108	118	119	150	65	119	39	90
C23	449	412	399	442	517	235	408	129	269
C24	120	110	96	103	303	60	100	40	80
C25	556	468	420	426	555	253	343	105	181
C26	90	90	63	127	124	50	75	30	60
C27	550	547	416	441	88	310	488	138	229
C28	50	66	45	101	110	40	60	20	43
C29	415	455	304	231	510	243	488	132	268
C30	80	100	56	85	298	60	80	26	53
C31	190	241	139	99	249	98	202	42	122
C32	105	23	16	10	22	5	31	2	16
C33	55	45	28	40	78	65	55	11	44
C34	9	70	9	8	13	7	11	2	13
C35	14	36	12	9	22	9	22	3	17
C36	9	11	2	0	0	0	5	2	5
ISOPRÉNOÏDES									
ISOP-16	75	50	50	54	30	25	33	28	27
ISOP-18	21	15	15	18	12	15	28	21	25
ISOP-21	0	10	15	10	6	5	31	20	22
PHYTANE	90	77	79	66	57	46	105	46	78
PRISTANE	61	43	42	40	40	27	68	42	48
N-ALCENES									
23:1	376	283	305	345	399	182	343	122	251
25:1	657	416	370	478	573	237	356	126	277
27:1	100	124	62	100	160	64	182	36	63
AUTRES (INDICES DE KOVAT)									
1959	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2082	1613	747	904	911	853	404	720	211	270

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 845.

STATION	845	845	845	845	845	845	845	845	845
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	11-13	13-15	15-18	18-21	21-24	24-27	27-30	30-33	33-37
NOTES	Présence abondante de coquillages								
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES									
Résolus	7600	5800	19100	10800	19800	10200	4700	3300	4600
UCM	43600	35200	93000	75700	131400	68900	23500	5200	4600
Total	51200	40900	112100	86400	151200	79100	28200	8500	9300
N-ALCANES									
C12									
C13	27	24	42	48	30	18	9	5	7
C14	41	35	58	50	42	24	13	7	11
C15	78	68	102	96	80	39	27	13	20
C16	51	53	87	78	61	39	21	13	22
C17	562	397	740	537	748	732	495	317	201
C18	73	45	107	88	79	50	27	19	29
C19	143	95	189	147	161	107	58	44	51
C20	58	45	123	101	79	78	42	34	49
C21	110	64	224	152	202	129	79	72	110
C22	51	37	142	94	144	90	53	49	99
C23	197	122	415	256	421	243	186	161	307
C24	46	42	110	78	150	160	60	53	223
C25	191	120	393	258	847	428	286	183	365
C26	42	33	115	65	150	125	60	58	100
C27	230	175	558	330	778	375	323	236	404
C28	40	31	88	57	157	224	31	42	68
C29	232	166	557	299	872	526	312	257	313
C30	50	42	137	78	180	245	43	30	36
C31	126	88	324	142	519	234	157	142	184
C32	13	14	28	12	52	45	27	14	13
C33	38	33	86	20	131	55	72	42	20
C34	10	10	25	12	30	56	16	4	2
C35	13	14	32	16	46	42	21	19	16
C36	6	5	15	4	12	10	5	2	14
ISOPRÉNOÏDES									
ISOP-16	25	30	36	23	42	15	7	2	4
ISOP-18	18	15	25	15	12	6	4	2	3
ISOP-21	13	10	25	18	25	10	7	2	1
PHYTANE	56	49	95	62	75	40	12	6	10
PRISTANE	50	38	63	40	54	35	13	7	11
N-ALCENES									
23:1	173	108	366	203	229	104	45	14	14
25:1	215	124	511	280	293	150	64	18	23
27:1	55	58	125	65	100	50	30	10	20
AUTRES (INDICES DE KOVAT)									
1959	62	15	15	0	0	0	0	0	0
2082	212	140	441	232	285	202	77	52	25

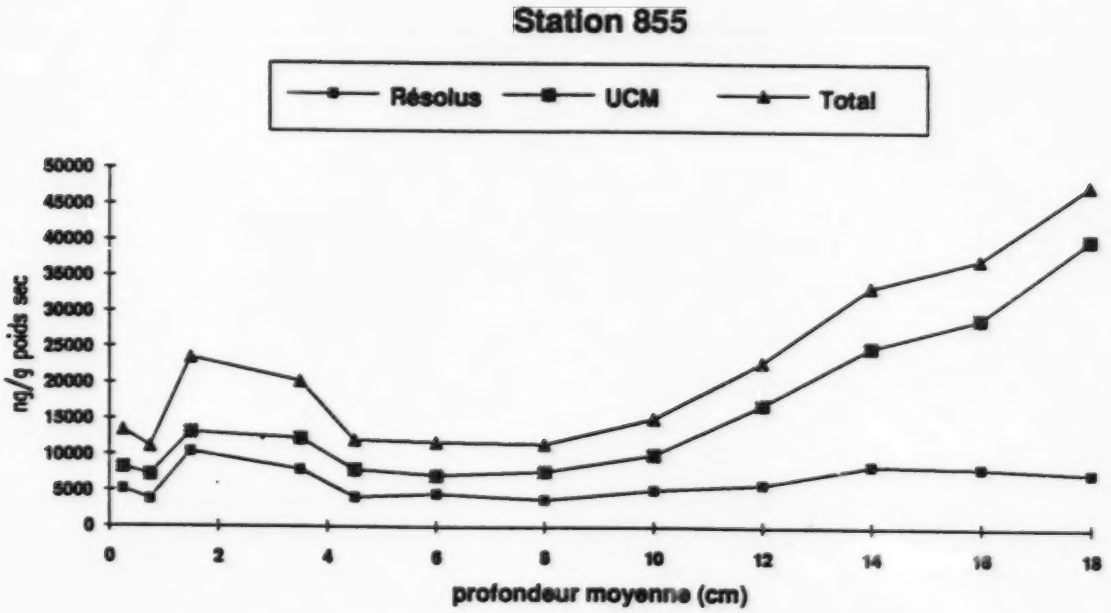

Station 845
Résolus
UCM
Total
ng/g poids sec
160000
140000
120000
100000
80000
60000
40000
20000
0
0
5
10
15
20
25
30
35
profondeur moyenne (cm)

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 855.

STATION	855	855	855	855	855	855
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	0.0-0.5	0.5-1.0	1.0-2.0	3.0-4.0	4.0-5.0	5.0-7.0
NOTES						
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES						
Résolus	5200	3800	10400	7900	4100	4600
UCM	8200	7200	13100	12300	7900	7100
Total	13400	11100	23500	20200	12000	11700
N-ALCANES						
C12	8			10		
C13	13		2	16	6	3
C14	19		6	22	10	8
C15	49	14	49	55	44	27
C16	26	12	33	34	29	21
C17	263	183	374	290	218	148
C18	31	23	44	43	35	31
C19	53	41	69	89	73	50
C20	32	30	58	52	38	32
C21	83	77	156	132	91	70
C22	64	71	135	101	62	46
C23	208	234	420	334	204	146
C24	118	157	319	206	111	138
C25	266	315	541	400	248	186
C26	136	163	303	195	112	94
C27	332	349	649	505	325	292
C28	116	118	225	149	87	81
C29	295	301	588	476	294	303
C30	59	35	124	95	48	49
C31	178	155	305	276	176	206
C32	48	19	86	62	37	51
C33	60	44	89	71	41	65
C34	36	7	47	20	14	28
C35	43	13	34	29	29	31
C36	34	7	65	11	28	80
ISOPRÉNOÏDES						
ISOP-16	19	3	22	34	16	12
ISOP-18	8	4	18	24	10	8
ISOP-21	12	11	29	30	12	12
PHYTANE	13	11	20	23	12	13
PRISTANE	30	19	40	51	40	33
N-ALCENES						
23:1	71	66	134	100	70	56
25:1		111	198	180	99	98
27:1	106	53			50	50
AUTRES (INDICES DE ROVAT)						
1959	59	30	318	106	54	19
2082	57	64	135	108	86	72

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 855.

STATION	855	855	855	855	855	855
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	7.0-9.0	9.0-11	11-13	13-15	15-17	17-19
NOTES						
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES						
Résolus	3800	5100	5900	8500	8300	7600
UCM	7700	10000	17000	25000	29100	40200
Total	11500	15100	22900	33500	37400	47800
N-ALCANES						
C12		8				
C13	11	15				5
C14	15	16	12	13	21	5
C15	26	23	22	25	31	32
C16	19	20	22	25	28	20
C17	123	119	154	212	262	338
C18	25	29	34	39	43	58
C19	38	38	51	66	72	98
C20	25	27	39	47	46	59
C21	57	62	98	124	111	151
C22	32	32	49	53	52	72
C23	111	123	231	255	206	278
C24	59	58	127	88	60	123
C25	131	141	281	274	222	377
C26	55	63	99	107	49	86
C27	227	263	504	385	353	534
C28	51	66	98	126	52	90
C29	244	315	575	565	436	648
C30	45	47	89	112	38	68
C31	188	238	384	359	312	492
C32	35	46	69	71	40	77
C33	62	81	199	101	85	125
C34	21	39	42	59	7	10
C35	27	60	53	33	15	23
C36	27	65	61	66	7	10
ISOPRÉNOIDES						
ISOP-16	9	14	14	20	53	40
ISOP-18	5	9	14	23	47	45
ISOP-21	6	4	7	26	40	59
PENTANE	12	13	25	40	72	90
PRISTANE	21	31	39	51	90	105
N-ALCENES						
23:1	50	54	89	111	100	121
25:1	90	102	199	250	198	235
27:1	38	60	100	111		990
AUTRES (INDICES DE KOVAT)						
1959	25	241	42	40	53	27
2082	58	59	56	59	133	50

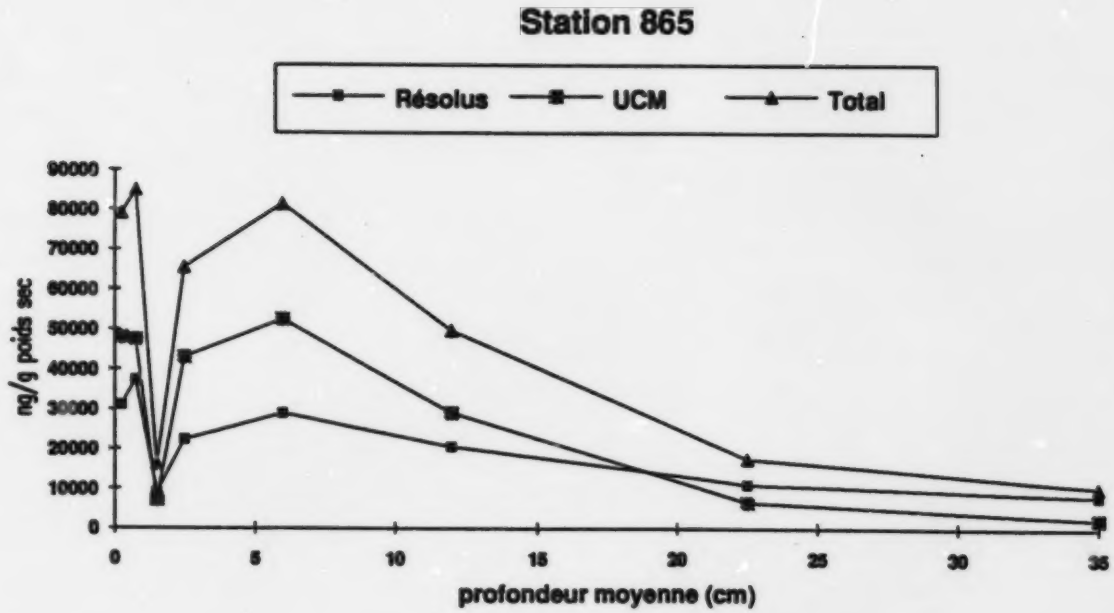

Station 855
Résolus
UCM
Total
ng/g poids sec
50000
45000
40000
35000
30000
25000
20000
15000
10000
5000
0
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
profondeur moyenne (cm)

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 860.

STATION	860
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	Présence de coquillages
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	3500
UCM	7100
Total	10600
N-ALCANES	
C12	
C13	7
C14	15
C15	40
C16	45
C17	193
C18	68
C19	102
C20	69
C21	122
C22	87
C23	205
C24	69
C25	215
C26	61
C27	227
C28	40
C29	167
C30	29
C31	98
C32	21
C33	26
C34	23
C35	9
C36	4
ISOPRÉNOÏDES	
ISOP-16	4
ISOP-18	9
ISOP-21	4
PHYTANE	13
PRISTANE	15
N-ALCENES	
23:1	93
25:1	155
27:1	57
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	29
2082	58

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 865.

STATION	865	865	865	865	865	865	865	865
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	0.0-0.5	0.5-1.0	1.0-2.0	2.0-3.0	5.0-7.0	11-13	21-24	33-37
NOTES								
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES								
Résolus	31100	37400	9000	22400	29000	20600	11000	8000
UCM	48000	47500	7200	43100	52500	29100	6500	2300
Total	79100	84900	16200	65500	81500	49700	17500	10300
N-ALCANES								
C12								
C13	45			35	20	20	30	11
C14	16	35	24	53	39	67	34	22
C15	138	132	94	127	95	167	40	36
C16	113	163	66	119	96	192	50	47
C17	2823	2528	1605	2539	3321	9431	2939	504
C18	217	226	130	189	196	300	89	67
C19	315	378	150	240	340	317	171	107
C20	189	201	65	130	175	227	109	83
C21	576	585	150	275	345	300	243	166
C22	200	217	65	142	156	100	127	81
C23	742	767	248	468	556	372	392	221
C24	166	118	47	100	110	68	112	64
C25	532	642	240	352	421	247	315	176
C26	90	180	36	75	80	51	76	39
C27	488	768	258	550	467	255	335	167
C28	40	120	24	55	50	34	72	25
C29	415	1093	260	570	385	290	250	161
C30	50	100	18	50	60	34	20	14
C31	190	568	110	350	185	150	115	68
C32	55	90	15	35	65	34	10	3
C33	60	160	20	77	63	50	30	13
C34	16	19	5	5	10	7	5	3
C35	16	26	5	15	19	5	10	5
C36	11	11	5	5	15	2	5	3
ISOPRÉNOÏDES								
ISOP-16	18	35	24	35	18	34	9	8
ISOP-18	30	40	20	40	33	50	17	15
ISOP-21	125	40	24	30	35	17	13	5
PHYTANE	93	105	60	95	85	60	25	20
PRISTANE	75	100	48	85	95	120	74	26
N-ALCENES								
23:1	667	721	187	372	441	120	66	27
25:1	732	890	250	442	539	120	115	60
27:1	233	337	50	143	140	44	50	
AUTRES (INDICES DE KOVAT)								
1959	70	100	48	95	80	100	40	30
2082	1724	1640	900	1067	1101	998	406	226


Station 865
Résolus
UCM
Total
ng/g poids sec
90000
80000
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
0
5
10
15
20
25
30
35
profondeur moyenne (cm)

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 870.

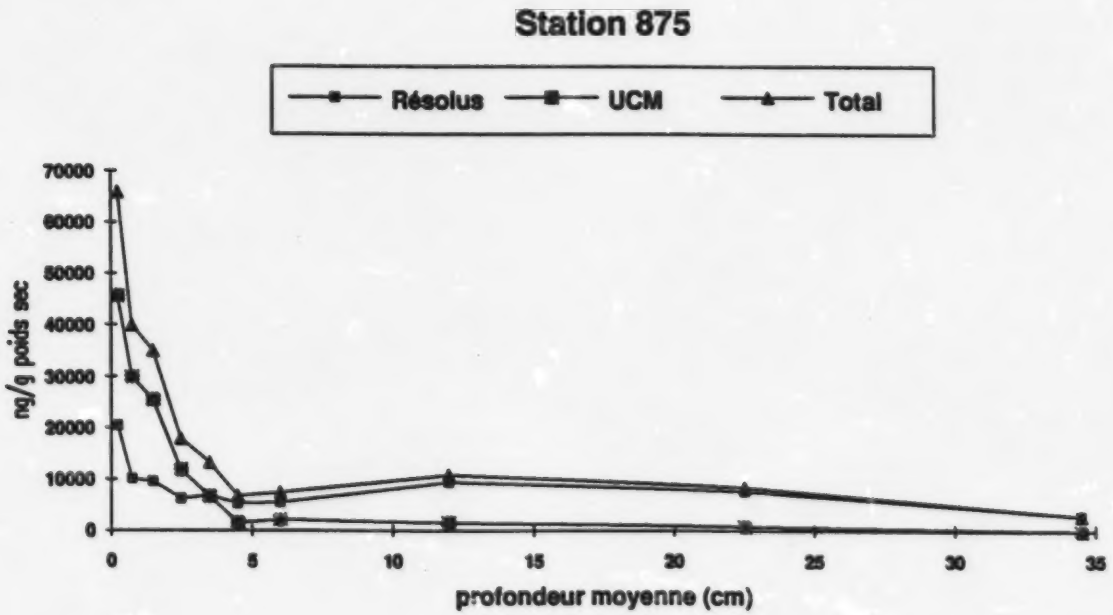
STATION	870
TYPE	Benne
PROF. (cm)	0-4
NOTES	Boue fluide
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES	
Résolus	15700
UCM	52200
Total	67900
N-ALCANES	
C12	
C13	
C14	36
C15	49
C16	109
C17	222
C18	1203
C19	208
C20	325
C21	166
C22	280
C23	120
C24	544
C25	96
C26	350
C27	72
C28	431
C29	48
C30	385
C31	48
C32	200
C33	48
C34	69
C35	17
C><	26
	9
ISOPRÉNOIDES	
ISOP-16	
ISOP-18	30
ISOP-21	10
PRYTANE	20
PRISTANE	99
	99
N-ALCENES	
23:1	
25:1	500
27:1	580
	180
AUTRES (INDICES DE KOVAT)	
1959	
2082	0
	1185

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 875.

STATION	875	875	875	875	875
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	0.0-0.5	0.5-1.0	1.0-2.0	2.0-3.0	3.0-4.0
NOTES					
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES					
Résolus	20400	10100	9500	6200	6800
UCM	45600	29900	25500	11800	6600
Total	65900	39900	35000	17900	13300
N-ALCANES					
C12					
C13	27	8	8	7	8
C14	39	24	19	13	14
C15	149	57	39	29	32
C16	101	73	42	33	38
C17	592	351	198	105	118
C18	141	97	69	57	65
C19	203	144	101	76	87
C20	135	96	76	63	73
C21	291	188	151	106	111
C22	178	118	113	79	81
C23	475	285	281	162	153
C24	130	280	125	85	75
C25	342	196	253	161	155
C26	160	92	100	90	72
C27	838	431	541	230	187
C28	86	43	70	70	45
C29	504	290	345	242	194
C30	56	48	50	49	27
C31	424	221	250	167	125
C32	56	42	62	30	23
C33	148	42	72	53	29
C34	10	8	27	18	7
C35	26	11	45	21	14
C36	0	10	25	15	3
ISOPRÉNOÏDES					
ISOP-16	36	15	9	6	15
ISOP-18	26	13	12	10	13
ISOP-21		63		10	5
PHYTANE	33	16	12	13	17
PRISTANE	66	42	30	26	31
N-ALCENES					
23:1	491	298	232	90	42
25:1	700	402	390	147	79
27:1	243	138	170	70	20
AUTRES (INDICES DE KOVAT)					
1959	10	0	0	0	4
2082	97	66	42	40	55

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 875.

STATION	875	875	875	875	875
TYPE	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte	Carotte
PROF. (cm)	4.0-5.0	5.0-7.0	11-13	21-24	33-36
NOTES					
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES					
Résolus	5200	5400	9400	7600	2800
UCM	1500	2000	1500	700	0
Total	6700	7400	10900	8300	2800
N-ALCANES					
C12					
C13	4	3	20	15	8
C14	9	9	23	16	10
C15	33	31	34	20	14
C16	45	45	50	24	14
C17	137	133	609	467	180
C18	82	80	76	46	12
C19	110	103	104	64	14
C20	90	85	82	49	10
C21	128	124	197	145	24
C22	84	86	91	88	12
C23	158	163	280	292	36
C24	68	76	75	76	12
C25	149	155	230	250	34
C26	50	48	60	63	9
C27	133	183	286	320	53
C28	29	40	45	61	7
C29	110	139	314	336	63
C30	9	18	20	15	4
C31	61	65	140	156	34
C32	10	14	15	5	3
C33	12	15	43	45	10
C34	2	5	4	4	0
C35	2	5	8	9	1
C36	0	5	4	4	1
ISOPRÉNOÏDES					
ISOP-16	3	5	5	2	2
ISOP-18	14	20	18	4	4
ISOP-21	7	9	10	4	4
PHYTANE	20	22	20	11	4
PRISTANE	31	30	20	11	7
N-ALCENES					
23:1	25	26	50	51	7
25:1	45	44	294	224	24
27:1	31	35	75	81	11
AUTRES (INDICES DE KOVAT)					
1959	9	9	0	4	0
2082	35	73	306	181	38


Station 875
Résolus
UCM
Total
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
ng/g poids sec
0
5
10
15
20
25
30
35
profondeur moyenne (cm)

Concentrations en hydrocarbures aliphatiques (ng/g poids sec) des sédiments à la station 880.

STATION	880	880
TYPE	Benne	Benne
PROF. (cm)	0-4	0-4
NOTES	Boue	Argile
ENSEMBLE DES HYDROCARBURES		
Résolus	12400	2800
UCM	36500	3700
Total	48900	6400
N-ALCANES		
C12	21	
C13	31	
C14	43	13
C15	77	21
C16	66	19
C17	177	62
C18	96	32
C19	106	35
C20	81	29
C21	96	53
C22	73	29
C23	179	141
C24	99	59
C25	204	206
C26	82	62
C27	176	247
C28	63	53
C29	154	218
C30	107	32
C31	259	113
C32	131	27
C33	23	27
C34	60	9
C35	58	9
C36	60	2
ISOPRÉNOÏDES		
ISOP-16	44	8
ISOP-18	57	11
ISOP-21	38	5
PHYTANE	75	16
PRISTANE	67	16
N-ALCENES		
23:1	inc.	0
25:1	inc.	0
27:1	inc.	0
AUTRES (INDICES DE KOVAT)		
1959	0	13
2082	0	0

4.0 REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier tout particulièrement B. Tardif, L. Gagné et M. Joncas qui ont collaboré à la réalisation de ce travail. C. Gobeil et M. Lebeuf ont revu le manuscrit.

5.0 BIBLIOGRAPHIE

Blumer, M. 1957. Removal of elemental sulfur from hydrocarbon fractions. Anal. Chem., 29 : 1039-1041.

Elmgren, R., S. Hansson, U. Larsson, B. Sundelin et P.D. Boehm. 1983. The "Tsesis" oil spill : acute and long-term impact on the benthos. Mar. Biol., 73 : 51-65.

Farrington, J.W. et B.W. Tripp. 1975. A comparison of analysis methods for hydrocarbons in surface sediments. Dans Marine chemistry in the coastal environment, T.M. Church éd., American Chemical Society, Washington, D.C. : 267-284.

Gearing, J.N., P.J. Gearing, T.F. Lytle et J.S. Lytle. 1978. Comparison of thin layer and column chromatography for separation of sedimentary hydrocarbons. Anal. Chem., 50 : 1833-1836.

Gearing, P.J., J.N. Gearing, R.J. Pruell, T.L. Wade et J.G. Quinn. 1980. Partitioning of No. 2 fuel oil in controlled estuarine ecosystems. Sediments and suspended particulate matter. Environ. Sci. Technol., 14, 9 : 1129-1136.

Grob, K. 1987. On-column injection in capillary gas chromatography : basic technique, retention gaps, solvent effects. Huethig, Heidelberg, 591 pp.

Müller, G. 1981. Heavy metals and other pollutants in the Environment. A chronology based on the analysis of dated sediments. Dans Proc. Int. Conf. Heavy metals in the Environment, Amsterdam, W.H.O. Ernst éd., CEP Consultants, Edinburgh : 12-17.

Shepard, F.P. 1973. Submarine geology, 3ième éd., Harper and Row, New York, 517 pp.

Walton, A. (éd.). 1980. Méthodes d'échantillonnage et d'analyse des sédiments marins et des matières draguées, Immersion des déchets en mer — rapport no. 1, Ottawa, 77pp.